

Patent Abstracts of Japan

PUBLICATION NUMBER : 61106758
PUBLICATION DATE : 24-05-86

APPLICATION DATE : 30-10-84
APPLICATION NUMBER : 59226888

APPLICANT : SUMITOMO METAL IND LTD;

INVENTOR : OKADA MINORU;

INT.CL. : C22F 1/18

TITLE : HEAT TREATMENT OF ALPHA+BETA TYPE TITANIUM ALLOY

ABSTRACT : PURPOSE: To improve the ductility, especially the drawability of an α - β type Ti alloy without reducing the strength by heat treating the Ti alloy to form martensite or a retained β -phase and by well growing a β -phase or the retained β -phase by overaging.

CONSTITUTION: An α - β type Ti alloy is heated to a temp. in the α - β type temp. range of 60°C~ the β -transformation point (60°C and the β -transformation point are not included), and the alloy is held at the temp. for 0.5~2hr. It is then cooled at the air cooling rate or above to form a mixed structure consisting of a proeutectoid α -phase and martensite or a retained β -phase by hardening. The hardened alloy is annealed at 600~800°C to grow a β -phase precipitated from the martensite by decomposition or the retained β -phase. Thus, the drawability of the alloy can be improved remarkably without reducing the strength.

COPYRIGHT: (C)1986,JPO&Japio

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭61-106758

⑬ Int. Cl.⁴
C 22 F 1/18

識別記号 庁内整理番号
A-6793-4K

⑭ 公開 昭和61年(1986)5月24日

審査請求 未請求 発明の数 1 (全4頁)

⑮ 発明の名称 $\alpha + \beta$ 型チタン合金の熱処理方法

⑯ 特 願 昭59-226888

⑰ 出 願 昭59(1984)10月30日

⑱ 発 明 者 前 田 尚 志 尼崎市西長洲本通1丁目3番地 住友金属工業株式会社中央技術研究所内

⑲ 発 明 者 西 川 富 雄 尼崎市西長洲本通1丁目3番地 住友金属工業株式会社中央技術研究所内

⑳ 発 明 者 岡 田 稔 尼崎市西長洲本通1丁目3番地 住友金属工業株式会社中央技術研究所内

㉑ 出 願 人 住友金属工業株式会社 大阪市東区北浜5丁目15番地

㉒ 代 理 人 弁理士 広瀬 章一 外1名

明 細 書

1. 発明の名称

$\alpha + \beta$ 型チタン合金の熱処理方法

2. 特許請求の範囲

$\alpha + \beta$ 型チタン合金を β 変態点以下60℃まで (β 変態点および60℃は含まず) の $\alpha + \beta$ 型温度領域に加熱保持し、その後空冷あるいは空冷よりも速い冷却速度で冷却して部分的にマルテンサイトまたは残留 β 相を生成させ、次いで800 ~ 800℃の温度範囲で焼鈍して上記マルテンサイトから分解析出した β 相または残留 β 相の成長を図ることにより、強度を増加させると共に延性を向上させることを特徴とする、 $\alpha + \beta$ 型チタン合金の強靱化熱処理方法。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は、 $\alpha + \beta$ 型チタン合金の熱処理方法、特に $\alpha + \beta$ 型チタン合金の高延性化によって評価される強靱化を目的とした熱処理方法に関する。

(従来の技術)

チタン合金は比強度が高く、耐食性が良いことから、宇宙、航空機材から海洋機器の分野まで幅

広く使用されている。特に、構造部材として使用される場合、高強度であることは当然必要とされるが安全率を考慮すると、延性も高い方が良い。

ところで、従来より、 $\alpha + \beta$ 型チタン合金の熱処理としては、焼鈍とSTA処理(溶体化処理一時効、以下“STA処理”という)がある。構造部材として特に強度が求められる場合は、そのうちSTA処理が用いられる。

すなわち、合金の種類により多少違いはあるが、基本的には、 $\alpha + \beta$ 型チタン合金のSTA処理としては、規格に定められているように、以下の方法が標準的である。

例えば、Ti-6Al-4V 合金の場合、次の通りである：

焼鈍 : 705 ~ 790℃ × 1時間、空冷
STA : 955℃ × 1時間、水冷
+ 540℃ × 4時間、空冷。

また、同様に、Ti-6Al-6V-2Sn 合金の場合は次の通りである：

焼鈍 : 705 ~ 790℃ × 2時間、空冷
STA : 900℃ × 2時間、水冷
+ 565℃ × 4時間、空冷。

特開昭61-106758(2)

ところで、特公昭50-37004号公報は、 $\alpha + \beta$ 型合金を、 β 変態点以下150～60℃の $\alpha + \beta$ 領域に加熱保持しその後空冷以上の冷却速度で冷却し、次いで、安定化焼鈍を行う熱処理法を開示している。溶体化処理の加熱温度限定の理由は初晶 α 相の体積比率が針状 $\alpha + \beta$ 相のそれを上回るようにするためである。この初晶 α の体積比率が50%になる点が変態点以下60℃である。このようにして、上記公報の開示する方法によれば、 $\alpha - \beta$ 変態を通じて初晶 α 粒が微細化され、微細針状 α 相が生成されるため、強靱性のすぐれた材料が得られる。なお、安定化焼鈍は、熱処理時の歪の影響を除くために、700℃で2時間加熱後、空冷するのである。

特公昭58-48025号公報は、500℃以上でかつ($\alpha + \beta$)相領域内の温度領域で加熱保持後急冷した($\alpha + \beta$)型チタン合金を更に50℃～300℃の温度領域で低温時効処理を施すことから成る熱処理法が開示されている。しかし、その目的とするところは、マテリアルダグンピング特性(振動減衰係数)を改善することであり、むしろ時効処理により準安定相が分解して一部組織が安定な($\alpha +$

β)相に変化してゆく途中で、遷移相である ω 相が析出して、伸び、絞りが増大し、脆化することを示している。

また、特公昭54-33564号公報は、目的とするのは β 型チタン合金の熱処理法であるが、溶体化処理状態における準安定 β 相の結晶粒度が微細な場合、時効処理後の硬化後も延性、靱性がすぐれているとして、溶体化処理を β 変態点以下の温度で行い、溶体化状態で α 相を少量含む $\alpha + \beta$ 共存組織にすることにより準安定 β 相の結晶粒を微細にして、強度と延性、靱性のすぐれた組合せを得ようとしている。

(発明の解決すべき問題点)

このように、従来法においては、変態点以下での加熱を利用して初晶 α 相の微細化を図るか、あるいは準安定相である β 相を分解させるかして、靱性の確保を図っていた。また、 β 型合金の場合であるが、準安定相である β 相の微細化を行って延性、靱性を確保している。しかし、この場合、その後の熱処理については何ら述べられていない。

本発明の目的は強度の低下なしに、むしろ強度の向上と共に延性、特に絞りを増加させることを

目的とする。

(問題点を解決するための手段)

本発明者らは永年にわたる研究開発を行った結果、従来、前記種類のTi合金に対して実施されていたSTA処理では強度は向上するが絞りが低下するために、むしろマルテンサイトから分解析出した β 相または残留 β 相をそれに続く過時効処理で十分成長させることによって強度はそれ程低下しないが絞りが十分改善されることを知り、本発明を完成した。

すなわち、前述の文献においても初晶 α 相の微細化あるいは β 相の分解による強靱化は開示されていたのであるが、本発明においては β 相の微細分解相をさらに成長させてより一層の強靱化を図ろうとするものである。

ここに、本発明の要旨とするところは、 $\alpha + \beta$ 型チタン合金を β 変態点以下60℃まで(β 変態点および60℃は含まず)の $\alpha + \beta$ 型温度領域に加熱保持し、その後空冷あるいは空冷よりも速い冷却速度で冷却してマルテンサイトを生成させ、次いで600～800℃の温度範囲で焼鈍して上記マルテンサイトから分解析出した β 相の成長を図ること

により、強度を増加させると共に延性を向上させることを特徴とする、 $\alpha + \beta$ 型チタン合金の強靱化熱処理方法である。

本発明において処理の対象とするチタン合金は $\alpha + \beta$ 型であれば特に制限されないが、一般に焼鈍材の場合、等軸組織のとき絞り値が高いことから、本発明にあってその対象合金は、より好ましくは「等軸 $\alpha + \beta$ 型組織」を有するものである。

(作用)

本発明において各熱処理条件を上述のように限定した理由は次の通りである。

まず、 β 変態点以下60℃までの $\alpha + \beta$ 温度領域に加熱するが、ただし、変態点および60℃を含まない。このとき、 β 変態点以上の温度となると β 粒が粗大化し、室温でもその組織形態が残存し、延性が著しく低下する。一方、 β 変態点～60℃未満では α 相の量が多くなり、また、本発明に寄与する β 相が少なくなり、絞りの向上に適切な析出 α 粒の量にならないことにより絞り値が向上しない。したがって、本発明にあって加熱温度を β 変態点未満と、(β 変態点～60℃)未満の点との間の温度範囲に限定する。初晶 α 相とそれ以外の

部分(変態 β 相と未変態 β 相)の量比が絞り値に影響を与えるためである。

これらの温度に加熱されたチタン合金は、本発明によれば、素材寸法により決定された所定時間、通常は0.5~2時間その温度に保持した後、空冷以上の冷却速度で冷却する。つまり、焼入れにより初析 α 相とマルテンサイト組織、または残留 β 相の混合組織を得るのである。

次いで、この焼入れ材は600~800℃で焼鈍するが、800℃を超えた温度で焼鈍すると、初析 α 粒が成長してしまい、絞り値が低下する。一方、600℃未満では従来のSTA処理温度に近く、低温時効によりむしろ微細な β 相が析出して強度が著しく向上するため、絞り値が目標設定値より減少してしまう。

したがって、本発明において焼鈍温度を600~800℃に制限する。

焼鈍時間は対象材の断面寸法により変化し、特に制限されないが通常は0.5~5時間である。焼鈍時間が不足すると β 相成長が十分でなく、絞りの向上は見られない。以上の焼鈍条件の影響は時間よりも温度の方が大きい。

等軸 $\alpha + \beta$ 組織を有する丸棒を製造した。この鍛造材から熱処理用材として15mm×15mm×80mmの角棒を採取し、第2表に示す条件で熱処理を施した。この熱処理材から平行部32mm、直径8.25mmの引張試験片を作成し、機械的特性を求めた。引張り試験時の歪速度は0.2%耐力までは0.5%/min、0.2%耐力以降は4.8%/minであった。

試験結果を熱処理条件とともに第2表にまとめて示す。

第1表 (重量%)

| Al | V | Fe | O | N | H |
|------|------|------|------|--------|--------|
| 6.33 | 4.00 | 0.18 | 0.18 | 0.0077 | 0.0050 |

| C | β 変態点(℃) | ($\beta - 60$)℃ |
|-------|----------------|-------------------|
| 0.010 | 987 | 927 |

なお、一般に焼鈍の目的は、熱間加工により生じた歪の除去にあり、一方、従来のSTA処理は最終加工後、強度と硬さ向上(時として仕上加工も実施)を目的とする処理であって、例えばTi-6Al-4Vの場合、焼鈍材よりも0.2%耐力で約20kgf/mm²上昇することが知られている。

したがって、本発明における上述の熱処理は、溶体化処理+過時効処理であり、本発明の場合、マルテンサイトから分解析出した微細な β 相あるいは残留 β 相が通常のSTA処理を行う場合に比べより大きく成長するために、これまでのSTA処理よりも強度は低下するかあるいは同等であるが、絞り値が著しく向上する。強度は低下することであってもSTAと焼鈍の中間となる。

次に、実施例によって本発明をさらに説明するが、それらは単に例示のためであって、それによって本発明が何ら制限されるものではない。

実施例1

第1表にその材料の化学成分と β 変態点を示す代表的な $\alpha + \beta$ 型チタン合金であるTi-6Al-4V合金について真空アーク二重溶融にて外径420mmのインゴットを溶製し、熱間鍛造により外径30mmの

第2表

| 試験 No | 熱処理条件 | 0.2%耐力 (kgf/mm ²) | 引張強さ (kgf/mm ²) | 伸び (%) | 絞り (%) | 備 考 |
|----------|------------------------------|----------------------------------|--------------------------------|-----------|-----------|-------|
| 1 | 705℃×1h, AC | 100.4 | 106.4 | 16.4 | 37.3 | 比較例 |
| 2 | 950℃×1h, HQ + 705℃×1h, AC | 106.5 | 113.1 | 16.0 | 46.6 | 発明例 |
| 3 | 970℃×1h, HQ + 705℃×1h, AC | 107.2 | 114.8 | 15.8 | 49.3 | " |
| 4 | 950℃×1h, HQ + 550℃×1h, AC | 119.6 | 128.1 | 13.0 | 36.9 | * 比較例 |
| 5 | " + 600℃×1h, AC | 116.2 | 125.4 | 14.2 | 40.9 | 発明例 |
| 6 | " + 650℃×1h, AC | 111.7 | 120.2 | 14.3 | 43.7 | " |
| 7 | " + 705℃×1h, AC | 106.5 | 113.1 | 16.0 | 46.6 | " |
| 8 | " + 750℃×1h, AC | 105.2 | 112.3 | 16.9 | 46.1 | " |
| 9 | " + 800℃×1h, AC | 103.1 | 110.1 | 15.7 | 41.3 | " |
| 10 | " + 850℃×1h, AC | 98.3 | 106.8 | 16.1 | 37.2 | 比較例 |

(注) *: STA処理

特開昭 61-106758 (4)

以上の結果から、まず、例えば試験№1と№2との比較からも明らかなように、焼鈍前に溶体化処理を行うと、強度は増加し（引張り強さは106.4 kgf/cm²から113.1 kgf/cm²に上昇）、伸びは大きく減少することなく、絞りが37.3%から46.6%へと大きく上昇する。また、試験№3から試験№10までを比較すると、本発明において規定するように焼鈍温度が600～800℃の範囲で引張り強さが従来のS T A処理によるそれと實質上同一かわずかに小さいだけで、著しい絞り値改善の効果がある。特に良好な温度範囲は650～750℃である。

实验例 2

本例では、実施例 1 と同様に Ti-6Al-4V 合金について実施例 1 と同じ方法により溶製、熱間鍛造により等軸 $\alpha + \beta$ 組織を有する外径 30mm の丸棒を作成し、このようにして得られた直径 30mm × 長さ 80mm の鍛造材を T で 1 時間加熱後、水冷しあるいは空冷し、次いで 705 °C で 1 時間時効後空冷する熱処理を行った。それぞれ得られた熱処理材から平行部長さ 26mm、直径 4mm の引張試験片を作成し機械的特性を評価した。引張り試験時の歪速度

は0.2 %耐力までは0.5 %/min、0.2 %耐力以降は3 mm/minであった。結果を熱処理条件とともに第4表にまとめて示す。

第 3 表 (重量%)

| AQ | V | Fe | \bar{O} | N | R |
|------|------|------|-----------|--------|--------|
| 6.28 | 4.11 | 0.17 | 0.17 | 0.0065 | 0.0055 |

| | | |
|---------|------------------------|----------------------|
| ζ | β 变型点 $(^\circ)$ | $(\beta - 60)^\circ$ |
| 0.010 | 987 | 927 |

以上の結果からも明らかなように水浴、空冷材のいずれも溶体処理温度は930℃以上が良好である。しかし、試験№9のように β 変態点近傍では絞り値にわずかに低下傾向がみられる。一方試験№10以下のように、 β 変態点を越えたと伸び、絞り値の低下は顕著である。冷却速度は空冷でも効果はあるが速い方が効果は大である。

（效果）

かくして本発明によれば、従来のSTA処理法と比較して高温側で行う過時効処理によって、 β 相の粒成長が図られ、それにより絞り値の著しい改善が實現され、その改善の度合には予想外のものがみられる。

| 試 験 機 種 別 | 試 験 機 型 番 号 | T × L × B × D + T × S × L × B × C | | | T × L × B × A C + T × S × L × B × C | | | 備 考 | | |
|-----------------------|----------------------------|-------------------------------------|--------------------------------|--------|-------------------------------------|--------------------------------|--------|--------|------|-----|
| | | 0.2945(N) (kgf/cm ²) | 引張強度 (kgf/cm ²) | 伸び (%) | 0.2945(N) (kgf/cm ²) | 引張強度 (kgf/cm ²) | 伸び (%) | | | |
| 1 | 900 | 95.0 | 105.8 | 15.6 | 42.3 | 93.3 | 102.5 | 17.5 | 42.4 | 比較機 |
| 2 | 910 | 95.6 | 103.2 | 18.4 | 41.1 | 94.4 | 103.3 | 17.5 | 42.3 | |
| 3 | 920 | 100.3 | 107.2 | 18.4 | 42.9 | 94.9 | 104.0 | 16.3 | 42.4 | |
| 4 | 920 | 101.4 | 108.5 | 18.4 | 48.3 | 95.3 | 105.2 | 17.8 | 46.6 | |
| 5 | 940 | 102.7 | 109.4 | 17.5 | 48.1 | 95.3 | 105.2 | 16.9 | 45.1 | |
| 6 | 950 | 102.3 | 108.6 | 18.4 | 47.0 | 96.1 | 104.7 | 17.8 | 47.8 | |
| 7 | 950 | 104.2 | 111.6 | 17.5 | 48.1 | 96.1 | 105.4 | 17.2 | 46.2 | |
| 8 | 970 | 100.2 | 109.7 | 16.9 | 48.1 | 95.8 | 105.6 | 15.9 | 44.3 | |
| 9 | 980 | 102.4 | 111.3 | 17.2 | 44.4 | 95.6 | 106.0 | 15.3 | 42.5 | |
| 10 | 990 | 101.2 | 108.2 | 16.3 | 21.6 | 96.5 | 106.4 | 14.7 | 36.5 | |
| 11 | 1000 | 101.8 | 109.5 | 7.5 | 13.5 | 98.1 | 108.9 | 8.8 | 19.3 | |

出願人 住友金属工業株式会社
代理人 弁理士 広 瀬 登 一 (他1名)